

LUCAS TADEU GAGLIARDI ROCHA

Caracterização tecnológica de mineralização aurífera com problema de *preg robbing*

São Paulo
2015

LUCAS TADEU GAGLIARDI ROCHA

Caracterização tecnológica de mineralização aurífera com problema de *preg robbing*

Trabalho de Formatura em Engenharia de Minas do curso de graduação do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Orientador (a): Profa. Dra. Carina Ulsen

São Paulo
2015

AGRADECIMENTOS

Para que a conclusão desse trabalho fosse possível, muita ajuda me foi prestada.

Sinto-me na obrigação de destacar a participação e agradecer a todas as pessoas que contribuíram para isso.

Primeiramente agradeço aos meus familiares, meu pai Sebastião, minha mãe Sílvia e minha irmã Ana Júlia, que são o alicerce que estrutura toda a minha vida, desde pequeno e para sempre. Sem eles, tenho certeza que não estaria concluindo esse curso.

À minha orientadora Carina, e ao, pode-se dizer, meu co-orientador Guilherme Nery por todo o ensinamento e paciência durante os meses de estágio no laboratório e os mais tantos meses de desenvolvimento do trabalho.

À empresa Cytec, que forneceu com muita presteza os reagentes utilizados nos ensaios de flotação.

A todos os técnicos dos laboratórios, especialmente a Ingled, Erílio, Juscelino e Alfredo, pelo auxílio em todas as atividades práticas que eu precisei realizar e pela camaradagem do dia a dia.

E aos grandes amigos que fiz nesta escola, que fizeram desse período da minha vida muito mais do que apenas aprendizado acadêmico, e que eu levarei comigo para sempre.

RESUMO

Ao redor de todo o mundo, inclusive no Brasil, os minérios de ouro de mais alto teor e fácil tratamento já foram lavrados, portanto, atualmente, existem minas operando com minérios refratários e com minérios de teores muito baixos. Nesse contexto, os estudos de caracterização se mostram essenciais para o entendimento e otimização da recuperação do ouro nesse tipo de minério. O presente trabalho visa apresentar a caracterização tecnológica e mineralógica de um minério aurífero brasileiro e, através de ensaios de bancada, propor alternativas para enfrentar o problema de *preg-robbing*, que ocorre quando há presença de matéria carbonosa na mineralização. Os resultados gerados vêm para ampliar o conhecimento sobre os minérios de ouro refratários brasileiros; tendo como conclusão geral que o minério estudado apresentou boa recuperação com concentração densitária e flotação do produto leve dessa concentração.

Palavras-chave: ouro, caracterização tecnológica, *preg-robbing*

ABSTRACT

All around the world, including in Brazil, the higher grades and easy-treated gold ores have already been extracted, therefore, nowadays, there are mines operating with refractory ores and very low grade ores. In this context, process mineralogy studies are essential to the understanding e optimizing of gold recovery in this kind of ores. The present work aims to show the process mineralogy of a Brazilian gold ore and, by means of bench tests, propose alternatives to face the preg-robbing problem, which occurs when carbonaceous matter is present in the mineralization. The results come to amplify the knowledge about Brazilian refractory gold ores; having as general conclusions that this studied ore was well recovered with density concentration and flotation of the light product of this concentration.

Keywords: *gold, process mineralogy, preg-robbing*

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	OBJETIVO.....	1
1.2	RELEVÂNCIA E JUSTIFICATIVA.....	1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	2
2.1	OURO: MINERALOGIA E PROCESSO.....	2
2.1.1	Minerais de ouro.....	2
2.1.2	Aspectos mineralógicos relevantes na exploração.....	4
2.1.3	Constituintes deletérios na exploração	4
2.2	PROCESSOS DE CONCENTRAÇÃO E EXTRAÇÃO DO OURO	6
2.2.1	Concentração densitária	7
2.2.2	Concentração por flotação	7
2.2.3	Extração hidrometalúrgica	9
2.3	CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINERALIZAÇÕES AURÍFERAS	12
2.3.1	Conceitos de caracterização tecnológica de matérias primas minerais	12
2.3.2	Técnicas analíticas.....	15
2.3.3	Particularidades na caracterização tecnológica de mineralizações auríferas	16
3	MATERIAIS E MÉTODOS	19
3.1	AMOSTRA ESTUDADA.....	19
3.2	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	20
3.2.1	Preparação das amostras	20
3.2.2	Caracterização tecnológica	20
3.2.3	Alternativas de processo	23
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	27
4.1	CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA.....	27
4.1.1	Análise granuloquímica.....	27
4.1.2	Composição mineralógica.....	27
4.1.3	Separações minerais	28
4.1.4	Estudo mineralógico das associações do ouro.....	29
4.1.5	Amalgamação e cianetação.....	31
4.2	ALTERNATIVAS DE PROCESSO.....	33
4.2.1	Alternativa 1 – <i>blanking</i>	33
4.2.2	Alternativa 2 – flotação seguida por cianetação do concentrado	34

4.2.3	Alternativa 3 – concentração densitária seguida de cianetação dos pesados e <i>blanking</i> dos leves ou flotação de leves	34
5	CONCLUSÕES	36
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	38
	APÊNDICE A – Resultados da separação mineral por líquido denso.....	40
	ANEXO 1 - Histórico de preço do ouro	41

1 INTRODUÇÃO

O ouro é um elemento químico, de símbolo Au e número atômico 79. Na sua forma pura é um sólido metálico com brilho amarelado, de alta densidade e ductilidade. É conhecido desde a antiguidade e valorizado como um dos mais preciosos bens minerais da Terra, símbolo de nobreza e valor. Atualmente é usado sobretudo na indústria eletrônica e espacial, na joalheria e como reserva de valor.

É estimado que todo o ouro minerado até o final de 2014 corresponda a 183 mil toneladas (WORLD GOLD COUNCIL, 2015). Os países com maior volume de produção de ouro são China, Australia, Russia, EUA, Canadá, Peru e África do Sul representando uma produção anual em torno de 2800 toneladas (U.S. GEOLOGICAL SURVEY, 2015).

Encontrado na Terra em rochas formadas no período Pré-cambriano, o ouro ocorre sobretudo em sua forma nativa, tipicamente em ligas metálicas com a prata, mas também pode ser encontrado em associações com telúrio, bismuto e antimônio e em micropartículas associadas a sulfetos. Hoje em dia, a maioria das ocorrências de maior teor e mais fácil extração já foram lavradas, sendo assim, as minas que se encontram em operação têm o desafio de operar com minérios refratários e com teores muito baixos. Dessa forma, estudos geológicos e de caracterização mineral são de essencial importância para fornecer bases adequadas para o planejamento das rotas de processo industriais.

1.1 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é determinar as formas de ocorrência e associações do ouro com outros minerais por meio de estudos de caracterização tecnológica de mineralização aurífera com material carbonoso, e com base nesses dados, avaliar alternativas potenciais de recuperação.

1.2 RELEVÂNCIA E JUSTIFICATIVA

No contexto das dificuldades de recuperação do ouro em muitas das minas operantes atualmente no Brasil e no mundo, este trabalho visa integrar o conhecimento sobre os depósitos auríferos brasileiros e as vias pelas quais se pode

otimizar o aproveitamento de minérios refratários, sobretudo aqueles associados à matéria carbonosa, que apresentam o fenômeno de *preg-robbing*.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 OURO: MINERALOGIA E PROCESSO

2.1.1 Minerais de ouro

O ouro pode ocorrer em minerais próprios, em que ele é um constituinte principal, ou como elemento traço em outros minerais, sobretudo os sulfetos. Na década de 90, foi apresentado um estudo (HARRIS, 1990), indicando como conhecidos vinte e seis minerais que contém ouro sendo o mais comum e, portanto, mais importante, o ouro nativo e suas variedades resultantes de substituições metálicas (Tabela 1). Depois do ouro nativo, as formas de ocorrência mais comuns são os teluretos, a aurostibita (AuSb_2), maldonita (Au_2Bi) e aurocuprita (Cu_3Au).

Tabela 1 – Minerais e compostos de ouro (HARRIS, 1990)

MINERAL	FÓRMULA	DUREZA	DENSIDADE
ouro nativo	Au	2,5 - 3	19,31
electrum	Au, Ag	-----	-----
aurostibita	AuSb ₂	3	9,91
auricupreto	Cu ₃ Au	3,5	11,5
tetraauricupreto	CuAu	3,5 - 4	14,67
amálgama	AuHg ₃	-----	-----
maldonita	Au ₂ Bi	1,5 - 2	15,7
rozhkovita	(Cu,Pd) ₃ Au ₂	-----	-----
weishanita	(Au,Ag) ₃ Hg ₂	-----	-----
zvyagintsevita	(Pd,Pt,Au) ₃ (Pb,Sn)	4,5	13,41
TELURETOS E TELURATOS			
calaverita	AuTe ₂	2,5 - 3	9,31
krennerita	(Au,Ag)Te ₂	2 - 3	8,86
petzita	Ag ₃ AuTe ₂	2,5 - 3	8,74
sylvanita	AgAuTe ₄	1,5 - 2	8,17
montbrayita	(Au,Sb)Te ₂	2,5	9,94
kostovita	CuAuTe ₄	2 - 2,5	7,94?
bogdonovita	Au ₅ (Cu,Fe) ₃ (Te,Pb) ₂	4,5	14,2
bezmertnovita	Au ₄ Cu _n TeO ₂	5	16,3
bilibinskita	Au ₃ Cu ₂ Pb _n TeO ₂	5	-----
SULFETOS E SELENETOS			
jiujinyita	Ag ₃ AuS ₂	3	7,95
untenbogaardita	Ag ₃ AuS ₂	2	8,45
nagyagita	Pb ₅ Au(Te,Sb)S _{5,8}	1 - 1,5	7,55
criddleita	TI ₂ Au ₃ Sb ₁₀ S ₁₀	3 - 3,5	6,57
penginita	Ag ₄ Au(S,Se) ₄	-----	8,35
petrovskaita	AuAg(S,Se)	2 - 2,5	9,5
fischesserita	Ag ₃ AuS ₂	2	9,05
NOVOS MINERAIS			
-----	Au _{0,75} Hg _{0,25}	2	18,49
-----	AuPb ₂	3,5	13,18
-----	AuPb ₂ BiTe ₂ S ₃	2,5	8,37
ESPECIES DUVIDOSAS			
muthrnannita	(Au,Ag)Te	-----	-----
ESPECIES SEM NOMEAÇÃO			
(Au,Ag)Fe ₂ (Te,Pb) ₄	Au(Fe,Cu)(Te,Pb)	Au ₅ Cu ₃ (Te,Pb)	AuBi ₅ S ₄
Ag _{12,3} AuAs _{1,1} Se _{3,1} S _{5,4}	Ag _{8,4} Au _{1,1}	Au ₅ Ag ₁₀ H	Ag _{7,4} Au _{1,6} Hg
Ag _{9,5} Au _{0,4} As _{1,4} Se ₆	AsSe _{1,1} S _{6,1}	Au ₃ CuAg	AuPb ₂ ou AuPb ₃
Au ₃ (Fe,Cu)(Te,Pb) ₂	Au ₅ Cu(Te,Pb) ₂	-----	-----

2.1.2 Aspectos mineralógicos relevantes na exploração

É comum a classificação de minérios de ouro vinculando-se a mineralogia ao processamento adotado nas operações industriais. Dessa forma, os minérios podem ser divididos em três categorias: *placers*, ouro livre (*free gold ore* ou *free milling ore*) ou refratários (LINS; MONTE, 2006).

Os *placers* são explotados principalmente de depósitos aluvionares e eluvionares e apresentam como característica o elevado grau de liberação dos minerais constituintes; sendo assim são tratados em peneiras ou em *trommel* com objetivo de desagregação e lavagem, para posterior concentração.

Os minérios de ouro livre necessitam de etapas de cominuição, porém não apresentam dificuldades no tratamento, podendo ser concentrados obtendo-se elevada recuperação (>90%) com facilidade através de métodos densitários ou diretamente pela etapa hidrometalúrgica de cianetação.

Já os minérios refratários são de difícil concentração e apresentam recuperação às vezes abaixo dos 80%, necessitando, portanto, de etapas de preparação antes da hidrometalurgia. Deve ser ressaltado que nos depósitos não há uma separação rígida entre minérios de ouro livre e refratários, em grande número deles há uma mudança gradual do primeiro para o segundo (LINS; MONTE, 2006).

2.1.3 Constituintes deletérios na exploração

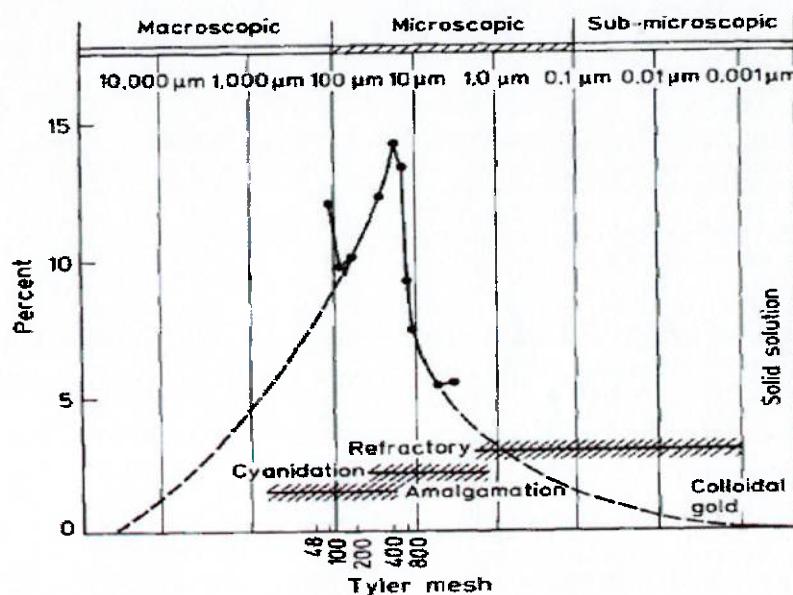
Seis fatores mineralógicos podem contribuir para as baixas recuperações (HARRIS, 1990). São eles:

- a natureza do minério de ouro
- o tamanho dos grãos de ouro no mineral
- ouro "invisível"
- a natureza dos minerais de ganga
- associação com sulfetos
- recobrimento nas partículas de ouro

A partir da natureza do minério já é possível prever sua dificuldade de concentração, sendo o ouro nativo a única forma (das mais comuns) com boa recuperação através apenas de cianetação direta; os teluretos, a aurostibita, maldonita e a aurocuprita são todos insolúveis ou pouco solúveis na solução de cianeto (VAUGHAN, 2004).

Quanto ao tamanho dos grãos, os minérios podem apresentar ouro em uma faixa desde grãos visíveis a olho nu até em frações de milímetro. Um estudo de Haycock (1937) apud Harris (1990), feito com minérios canadenses, sugeriu alguns limites de tamanho para a eficiência da amalgamação com mercúrio e para a cianetação; tais limites são apresentados na Figura 1.

Figura 1 – Distribuição de tamanho dos grãos de ouro dentre os minérios estudados e limites de aplicabilidade dos ensaios de concentração (HARRIS, 1990)



O ouro "invisível" é aquele que ocorre tanto como inclusões submicroscópicas dentro de um mineral hospedeiro (chamado ouro coloidal) quanto em substituição na estrutura cristalina de outros minerais (solução sólida). A princípio, não há grande diferença, em termos de metalurgia entre o ouro extremamente fino, o ouro coloidal e a solução sólida de ouro, visto que todos eles tem tamanho abaixo do limite inferior para a recuperação pelo método de cianetação direta (HARRIS, 1990); porém com a tendência atual de explorar minérios menos ricos e de reaproveitar pilhas de rejeito, entender a natureza desse ouro invisível se faz de grande importância para estudar a partir de que métodos essa concentração pode ser realizada.

A mineralogia da ganga é extremamente influente sobre a eficiência da recuperação, pois ela pode afetar as características de moagem e a cianetação. Por exemplo, talcos dificultam a moagem e a filtração do minério, alguns carbonatos

causam um elevado consumo de cianeto e se houver presença de grafite e matéria carbonosa, o complexo formado pelo ouro e cianeto, se liga a essa matéria, "roubando" ouro da solução cianetada (efeito *preg-robbing*).

As associações com sulfetos são importantes porque eles frequentemente são minerais hospedeiros para o ouro (pirita e arsenopirita sendo os mais comuns), que pode se apresentar apenas com os grãos em contato com os sulfetos, em inclusões microscópicas e submicroscópicas e em substituição nos retículos cristalinos. Algumas espécies, quando em associação, atuam negativamente no processo de cianetação, como a pirrotita, marcassita e calcopirita, que são atacados pelo cianeto e, portanto, causam consumo excessivo do reagente (HARRIS, 1990).

O recobrimento das partículas que contém ouro pode se dar naturalmente no processo de formação do minério ou durante as etapas iniciais de tratamento, havendo também a superposição desses efeitos (HARRIS, 1990). Óxidos de ferro, cloretos de prata e compostos de antimônio, manganês e chumbo podem aparecer recobrindo o ouro e, assim, dificultando a reação com o cianeto.

2.2 PROCESSOS DE CONCENTRAÇÃO E EXTRAÇÃO DO OURO

O beneficiamento de minérios de ouro apresenta algumas peculiaridades que o distinguem de outros métodos de tratamento. Por apresentar alta maleabilidade, as partículas de ouro, quando um pouco mais grossas, são de difícil moagem e classificação; e sendo um produto com valor de mercado consideravelmente superior ao da grande maioria dos bens minerais, o beneficiamento como um todo deve priorizar a recuperação do ouro contido, ficando o teor de ouro no concentrado e a rejeição de impurezas como objetivos secundários (PERES et al., 2002).

O início do processo de beneficiamento de qualquer minério passa pelas etapas de preparação, que incluem britagem, peneiramento, moagem e classificação. Para alguns minérios de ouro as rotas de processamento podem se restringir a essa adequação granulométrica às etapas hidrometalúrgicas subsequentes, esse tipo de minério é chamado de *free-milling*; outros minérios, os refratários, necessitam, além da preparação, estágios de concentração antes de ser encaminhados à hidrometalurgia. Nesse último caso as propriedades diferenciadoras entre os minérios de ouro e os minerais de ganga são a densidade e a hidrofobicidade (natural ou induzida).

2.2.1 Concentração densitária

Tipicamente, as partículas livres de ouro de tamanho maiores que 200 µm podem ser recuperadas eficientemente por métodos densitários. Para uma primeira ideia sobre a possibilidade de separação densitária, sem levar em conta o critério de forma das partículas, Taggart sugeriu, com base na experiência industrial, o fator critério de concentração (CC); a seguir está a sua definição como dada por Burt (1998) apud Peres (2002).

$$CC = \frac{\rho_P - \rho_F}{\rho_L - \rho_F}$$

Onde ρ_P é a densidade do mineral mais denso, ρ_L a do mineral leve, e ρ_F a densidade do fluido utilizado na separação. Com esse critério, considerando-se a densidade da água igual a 1, tem-se a facilidade de separação de acordo com a Tabela 2.

Tabela 2 – Significado do critério de concentração (CC) (PERES et al., 2002)

CC	Significado
> 2,5	Separação eficiente até 200 malhas
2,5 - 1,75	Separação eficiente até 100 malhas
1,75 - 1,50	Separação possível até 10 malhas, porém difícil
1,70 - 1,20	Separação possível até 1/4", porém difícil

Os equipamentos clássicos para se efetuar separações minerais por via densitária são os jigues e mesas vibratórias, e quando a mineralogia permite, são os métodos usados também na recuperação de ouro. Na década de 80, surgiram os concentradores centrífugos, que trabalham com forças muito superiores a gravitacional, aumentando a possibilidade de utilização desse método para frações mais finas.

2.2.2 Concentração por flotação

A flotação é um método de separação entre partículas sólidas que explora como propriedade diferenciadora a hidrofobicidade da superfície dos minerais. O processo se dá através da injeção de ar em um tanque agitado, que mantém os sólidos em suspensão. Segundo o princípio de afinidade entre espécies ambas polares ou apolares, as partículas cuja superfície apresentar caráter apolar terão afinidade com o ar e serão carregadas pelas bolhas até a espuma que transborda

pela superfície do tanque, e as que apresentarem caráter superficial polar, terão afinidade com a água e permanecerão no tanque.

Entre os minerais encontrados na natureza, poucos são naturalmente hidrofóbicos, o que a princípio sugere pouca aplicabilidade para o método; porém com o uso de reagentes específicos, chamados de coletores, é possível induzir a hidrofobicidade na superfície das partículas, possibilitando a aplicação da flotação para uma vasta gama de separações minerais (LINS; MONTE, 2004). Além dos coletores, outros reagentes usados são: espumantes, para reduzir a tensão superficial da interface ar/água e estabilizar a espuma; ativadores, que aumentam a eficácia ou a seletividade dos coletores para determinados minerais; depressores, que inibem a ação do coletor para algum mineral e reguladores de pH, que é um fator determinante para a eficiência do processo.

Superfícies de ouro puras e limpas são naturalmente hidrofílicas; no entanto, menos que uma monocamada de contaminante carbonáceo, depositado a partir do ar ou da solução é suficiente para tornar a superfície hidrofóbica. O resultado prático é que o ouro pode ser considerado um dos melhores exemplos de hidrofobicidade natural entre os sistemas de extração industrial (PERES et al., 2002).

A flotabilidade do ouro em relação a outros minerais pode ser apreciada na classificação que considerou as características superficiais dos minerais, as quais são dependentes da natureza e da força de ligação entre os átomos, íons e moléculas constituintes. A classificação divide os minerais em polares e não-polares. Entre estes últimos, indiferentes à água, estão por exemplo, a grafita e o talco. Os minerais polares são divididos em cinco subgrupos, em ordem crescente de polaridade ou decrescente de hidrofobicidade (LINS; MONTE, 2004):

- P1 - Sulfetos e metálicos (Au, Ag, Cu, Pt).
- P2 - Sulfatos.
- P3 - Carbonatos, fosfatos etc.
- P4 - Óxidos, hidróxidos.
- P5 - Silicatos e quartzo.

A evolução da prática do processo de flotação de certo modo seguiu a ordem de polaridade acima. Dessa forma, pode-se considerar que as partículas de ouro se comportam na flotação do mesmo modo que os sulfetos e, portanto, os coletores empregados também são os mesmos, pertencentes à família dos tio-compostos, sendo os mais comuns os xantatos, ditiofosfatos e mercaptobenzotiazóis

(LINS; MONTE, 2004). Como em muitos casos, eles são minerais que se encontram associados ao ouro nos depósitos, é comum a flotação conjunta de ouro e sulfetos.

2.2.3 Extração hidrometalúrgica

Historicamente, a extração de ouro sempre envolveu processos de concentração densitária, por sua elevada densidade, e de amalgamação (a descoberta de que o ouro podia ser "molhado" pelo mercúrio data de 1000 A.C.). Nos séculos XVII e XVIII, período máximo da exploração do ouro no Brasil, esses ainda eram os métodos utilizados na produção. Porém com o progressivo esgotamento dos minérios de fácil lavra e extração, começou-se a enfrentar problemas na concentração do ouro fino e associado a sulfetos, em que as técnicas conhecidas não funcionavam tão bem.

Com isso, no final do séc. XIX, surgiu na Escócia a primeira patente relativa ao uso de cianeto para a dissolução do ouro no minério e da utilização do zinco para a recuperação do ouro da solução cianetada (PERES et al., 2002). Desde então, o uso desse processo ganhou força e ele se tornou bastante difundido, usado em minerações de ouro por todo o mundo. Os desafios enfrentados então são relativos a baixa eficiência da cianetação devido a determinadas características mineralógicas, tais como o efeito de *preg-robbing* que ocorre na presença de matéria carbonosa.

2.2.3.1 *Preg-robbing*

Preg-robbing é o nome dado à característica da matéria carbonosa de formar uma ligação estável com o complexo de ouro-cianeto e dessa forma, "roubar" o ouro da solução cianetada, de onde ele é recuperado. Apesar do processo usual ser a cianetação, esse fenômeno também ocorre com os complexos de ouro formados com outros lixiviantes, como o ouro-cloreto. Também é sabido que alguns minerais argilosos, como ilita, o caulim e a montmorillonita podem atuar como *preg-robbbers* (GEOBIOTICS, 1994).

Minérios carbonosos, dentre os minérios de ouro, ainda são pouco entendidos em termos de processamento, ainda que haja diversos estudos sobre o assunto. É observado que a força com que o *preg-robbing* atua varia de minério para minério, e as vezes dentro de um mesmo corpo mineralizado, sendo bastante difícil prever o comportamento de uma amostra específica. Dificuldades adicionais são

encontradas quando há presença, além do carbono, de sulfetos refratários à cianetação, como a pirrotita e os sulfetos de cobre, por exemplo, não sendo fácil determinar qual parcela de perda de ouro é devida ao *preg-robbing* e qual é devido aos sulfetos (VAUGHAN, 2004).

O trabalho de AFENYA, 1991 mostra que a matéria carbonosa é composta por carbono elementar e por compostos orgânicos de longa cadeia carbônica. O carbono elementar pode apresentar-se sob a forma amorfa, pseudo-grafítica e de estrutura grafítica bem definida, sendo possível a ocorrência de amorfos até grafites no mesmo depósito. A matéria orgânica é composta por dois componentes principais: longas cadeias carbônicas que não interagem com o ouro-cianeto e ácidos orgânicos similares a ácidos húmicos, esses sim capazes de formar composto com o ouro-cianeto.

A adsorção de compostos no carbono durante a cianetação se dá de várias formas, de acordo com as características da superfície deste. Em partes hidrofóbicas confinadas nos planos basais ocorre uma associação basicamente física, quando o complexo de ouro-cianeto se apresenta como uma molécula neutra $M^{n+}(Au(CN)_2)_n$. As partes hidrofílicas, situadas nos cantos dos planos basais, podem ter cargas positivas e negativas ou grupos funcionais. Onde há apenas cargas (devido a impurezas normalmente), os íons de ouro-cianeto se ligam eletrostaticamente com as cargas positivas, também uma ligação de característica física. Apenas onde há grupos funcionais, a interação do ouro-cianeto se dá através de ligações químicas mais definitivas. Apesar de ocorrerem todos os tipos de ligação, algumas mais outras menos de acordo com as características da matéria carbonosa e da solução, é provável que a maioria do ouro seja perdido por ligações químicas, sendo então, o principal mecanismo de *preg-robbing* a quimiossorção (AFENYA, 1991).

Desde que esse problema começou a ser enfrentado, já foram desenvolvidas algumas soluções e a eficiência de cada método ou de combinações de métodos depende da mineralogia de cada minério particular. Uma breve descrição de cada método será feita a seguir.

Flotação

Esse método é empregado para minérios que apresentam pouco ouro associado à matéria carbonosa (AFENYA, 1991). Dessa forma é possível flotar essa

matéria carbonosa e descartá-la antes da cianetação, sem que muito ouro seja perdido. Outra possibilidade, quando a mineralogia é adequada, é a flotação indistinta dos sulfetos e do ouro livre enquanto a matéria carbonosa é depreciada.

Blanking

Esse método consiste no recobrimento da matéria carbonosa por um agente passivador, que vai ser adsorvido à superfície do carbono preferencialmente ao complexo de ouro-cianeto. Os compostos mais usados para esse fim são querosene, óleo combustível e RV-2 (para nitro bensol azo salicylic acid). Também é um método que não pode ser usado quando existe muito ouro associado à matéria carbonosa, nem quando essa é composta por quantidades significativas de ácidos orgânicos (GEOBIOTICS, 1994).

Calcinação

O método mais fácil e direto de eliminar a matéria carbonosa, através da sua queima, foi o processo tradicional de tratamento de minérios refratários até meados do século XX. Apresenta ainda a vantagem de oxidar os minerais sulfetados, liberando o ouro tanto do carvão quanto dos sulfetos. Necessita de um bom controle de temperatura, pois com temperaturas abaixo do ideal o carbono e os sulfetos não são oxidados e com temperaturas muito altas, a recuperação do ouro na cianetação também cai. Geralmente essa temperatura varia entre 600 e 700 °C (GEOBIOTICS, 1994). Nos últimos 30 anos, o alto custo da energia e as regulamentações ambientais vêm estimulando a busca por outras alternativas de tratamento.

Oxidação Química

Foram desenvolvidas algumas alternativas ao processo de calcinação baseadas na mesma ideia de oxidar o carbono e os sulfetos associados ao ouro, porém em reações hidrometalúrgicas, ao invés de queima. Três técnicas são usadas com sucesso.

Oxidação hidroquímica

Alguns compostos são usados para realizar a oxidação do carbono e dos sulfetos dos minérios refratários de ouro. O cloro, na forma pura Cl_2 e o hipocloreto de sódio, são os reagentes mais clássicos, tendo sido desenvolvidos inclusive

processos complementares, conforme a eficiência da simples oxidação foi diminuindo; um deles é o de oxidação dupla, com uma primeira etapa de oxidação com ar seguida por uma com cloro e outro é o chamado *flash chlorination*.

O consumo excessivo de cloro estimulou pesquisas com outros reagentes, e com isso estudos estão sendo desenvolvidos no sentido de usar ácido nítrico para a oxidação da matéria carbonosa. Dois processos, chamados NITRO e ARSENO, geraram resultados favoráveis, mas ainda precisam ser melhor avaliados quanto a sua eficiência (AFENYA, 1991).

Oxidação em autoclave (sob pressão)

Essa técnica usa oxigênio sob pressão para oxidar os sulfetos do minério. É um método mais adequado para liberar o ouro preso dentro da estrutura cristalina de sulfetos do que para combater o *preg-robbing* da matéria carbonosa (GEOBIOTICS, 1994). Apesar de excelente eficiência na extração desse tipo de ouro refratário (> 95%), o método pode apresentar problemas com alguns precipitados indesejados, dependendo da mineralogia do minério.

Biolixiviação

Essa é a técnica de desenvolvimento mais recente, que usa bactérias para degradar biologicamente os minerais sulfetados. A bactéria usada na maioria dos estudos e processos é a *Thiobacillus ferrooxidans*. Como o método anterior, este também tem pouca eficiência no combate ao *preg-robbing*, por isso é comum o seu uso combinado com outros métodos, como o blanking (GEOBIOTICS, 1994). Em termos econômicos e de recuperação, essa técnica se mostra igual ou até melhor que a calcinação e a oxidação sob pressão, porém sua grande desvantagem é que o processo demora dias ao invés de horas para fazer o tratamento do minério (AFENYA, 1991).

2.3 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINERALIZAÇÕES AURÍFERAS

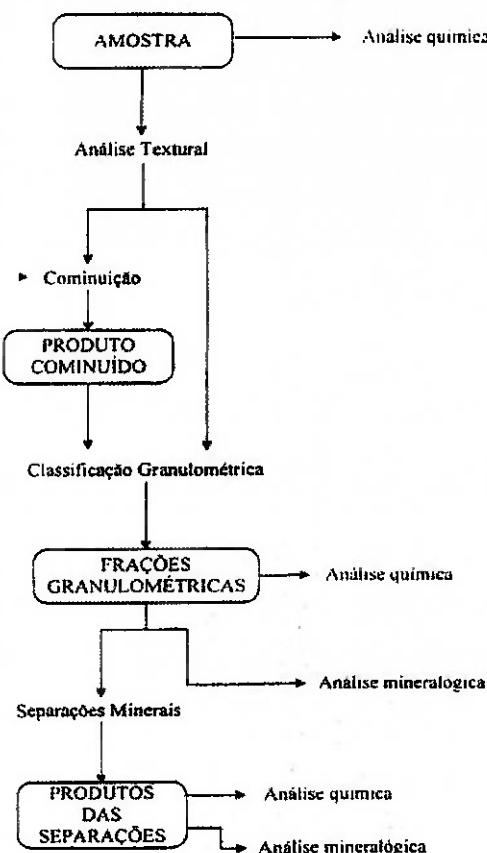
2.3.1 Conceitos de caracterização tecnológica de matérias primas minerais

A função da caracterização dos minerais é determinar toda a assembleia mineralógica, definir quais são os minerais de interesse e os de ganga, bem como quantificar a distribuição dos elementos úteis entre os minerais de minérios, caso haja mais de um. Além disso, ela estuda as texturas da rocha, definindo o tamanho

de partícula necessário para a liberação dos minerais úteis e define diversas características físicas e químicas destes minerais. É uma etapa fundamental para o aproveitamento de um recurso mineral de forma otimizada, pois fornece os subsídios mineralógicos e texturais necessários ao correto dimensionamento da rota de processo e permite identificar com precisão ineficiências e perdas em processos já existentes (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004).

A maneira de se caracterizar uma amostra de minério varia com a mineralogia e as propriedades inerentes aos minerais, bem como com os objetivos e a abrangência da caracterização. De forma geral, os estágios necessários são: o fracionamento da amostra, a identificação das fases, a quantificação dos minerais e a verificação do tamanho de liberação dos minerais úteis em relação à ganga (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004). Apresenta-se na Figura 2, um fluxograma básico de caracterização, proposto por Kahn e Sant'Agostino, 1997.

Figura 2 - Roteiro básico de procedimento experimental para caracterização tecnológica de minérios (KAHN e SANT'AGOSTINO, 1997)



O fracionamento da amostra objetiva facilitar a identificação dos minerais pela sua relativa individualização, melhorar a quantificação das fases e estabelecer certas propriedades físicas dos minerais. Ele envolve redução e classificação granulométrica da amostra e operações de separação mineral, efetuadas para concentrar espécies minerais com vista ao detalhamento de seu estudo. Essa concentração geralmente explora como propriedades diferenciadoras a densidade e o magnetismo.

A identificação das fases é baseada nas propriedades que definem os minerais como tais, ou seja, composição química, estrutura microcristalina e propriedades físicas decorrentes. Ela é preferencialmente realizada nos produtos do fracionamento, de modo que as espécies estão mais concentradas e, portanto, se apresentam em número reduzido em cada fração da amostra, o que facilita a sua determinação por meio de quaisquer das técnicas empregadas.

Para a quantificação das fases, etapa bem mais complexa do que a identificação, dispõe-se também de uma série de técnicas, detalhadas a seguir. Nessa etapa é fundamental que se tenha em mente as reais necessidades do projeto como um todo, uma vez que simplificações, como agrupamento de alguns minerais, podem ser feitas com resultados ainda satisfatórios e consumindo uma fração do tempo e dos recursos analíticos necessários para uma análise completa (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004).

Para a medição da liberação dos minerais deve-se levar em conta que na maioria dos minérios, várias fases estarão presentes e, pelo menos, uma fase terá valor econômico e, pelo menos, uma outra fase constituirá ganga. Partículas que contém apenas uma fase são chamadas partículas liberadas (ou livres) e todas as outras partículas, que contêm mais de uma fase, são compostas. Em muitas instâncias, minérios de múltiplas fases podem ser considerados como binários, pelo agrupamento de minérios distintos como fase de interesse e como ganga (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004).

Dessa forma, a conceituação tradicional do grau de liberação representa a quantidade percentual do mineral útil que está contido em partículas livres em relação ao total de mineral útil. Contudo, essa ideia pode mostrar-se inadequada ou insuficiente, à medida que a definição de partículas liberadas, ou monominerálicas, torna-se relativa por feições de inclusões, recobrimentos ou alterações. É imprescindível um equacionamento cuidadoso desses aspectos para que o dado de

liberação obtido na caracterização seja efetivamente um parâmetro correlacionável com o comportamento do mineral no beneficiamento para ele preconizado (KAHN, SANT'AGOSTINO, 1997).

2.3.2 Técnicas analíticas

As principais técnicas empregadas na análise qualitativa das fases são: microscopia óptica, microscopia de varredura e difração de raios X e são geralmente usadas complementando-se.

A microscopia óptica é o recurso mais básico e tradicional. São usados microscópios estereoscópicos e petrográficos, que possibilitam aumento típico de até 1000 vezes, e com isso é possível a obtenção de dados sobre a forma/hábito, cor, características de superfície e associações minerais, além da possibilidade de polarização da luz incidente, que fornece características ópticas dos minerais (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) produz imagens resultantes da interação de um feixe de elétrons com a amostra, permitindo um aumento de 30 a 100.000 vezes (os mais modernos chegam a 1.000.000 de vezes de magnificação). Nas imagens produzidas pelos elétrons retro-espalhados, o nível de cinza é proporcional ao número de elétrons e, consequentemente ao peso atômico médio de cada pixel. (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004). É possível ainda que o MEV trabalhe em conjunto com um espectrômetro de dispersão de energia (EDS) ou dispersão de comprimento de onda (WDS), ambos permitindo uma microanálise química, análise de elementos em áreas de até 0,001 mm, o que torna a identificação dos minerais muito mais fácil (KAHN, SANT'AGOSTINO, 1997).

A difração de raios X é baseada na interação de ondas na frequência de raios X com os planos do retículo cristalino dos minerais. O método utiliza a Lei de Bragg: $\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$, em que λ é o comprimento de onda da fonte de raios X, d são distâncias interplanares e θ o ângulo de reflexão, medido entre o feixe refletido e os planos cristalinos. (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004). Os ângulos de reflexão são medidos e convertidos em distâncias interplanares; um conjunto destas é típico para cada mineral e com as bases de dados de referência existentes, é possível fazer a identificação mineralógica.

Para realizar a quantificação dos minerais na amostra os principais métodos empregados são os cálculos estequiométricos e a análise de imagens. Citam-se

ainda os métodos de Rietveld e análises termogravimétricas, embora tenham aplicação limitada.

O cálculo estequiométrico é o método mais tradicional, e em diversas situações também o mais preciso para quantificação de fases. Basicamente, de posse da análise química total ou parcial da amostra e da composição mineralógica, é calculado quanto de cada mineral está presente (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004). É um método de depende de alguns condicionantes, principalmente a necessidade de uma boa qualificação das fases, que pode apresentar dificuldades em certos casos. Geralmente, para acompanhamento de processo, utiliza-se esse método parcialmente, só para alguns minerais de minério ou de ganga com maior influência no rendimento da operação.

A análise de imagens se apoia em avaliações visuais para contagem de grãos, sobre imagens de microscopia óptica ou de varredura. A Primeira Lei da Estereologia estabelece que $T_P = T_L = T_A = T_V$, ou seja, que os teores de ponto (pixel), linha (intercepto linear, ou cordas) e área são iguais entre si, e todos eles iguais ao teor em volume, bastando a conversão com as respectivas densidades para se obter o teor em massa na amostra. Antigamente feito por contagem direta sobre as imagens por um operador, o que tornava o processo bastante impreciso e com baixa reproduzibilidade, atualmente é feito por meios digitais, com muito mais precisão, velocidade e confiabilidade.

Há também condicionantes para a aplicação desse método, de característica inerente à lei estereológica (só pode ser usada quando as secções são transversais e randômicas) e de qualidade instrumental utilizada, devendo haver bom contraste das cores dos minerais na imagem, o que nem sempre é tão fácil de ser obtido. Para auxiliar nessa dificuldade instrumental, foram lançados por centros de pesquisa australianos, em associação com fabricantes de MEV's, dois sofisticados sistemas que combinam análise de imagens e análise de dados químicos por EDS, o QEM*SCAN (CSIRO e LEO) e o MLA (JK Centre e FEI) (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004).

2.3.3 Particularidades na caracterização tecnológica de mineralizações auríferas

A caracterização em minérios contendo fases raras, particularmente ouro ou platinóides difere das caracterizações convencionais pelo baixo teor (0,1% a poucos

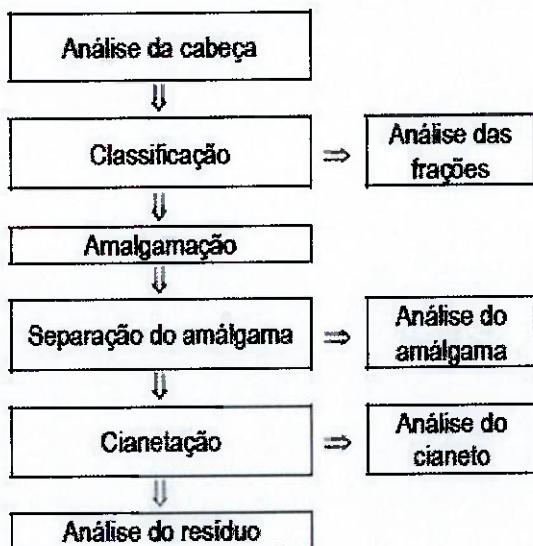
ppm), o que significa grande dificuldade de se encontrar a fase de interesse para análises qualitativas e praticamente impossibilita análises quantitativas que satisfaçam critérios estatísticos de representatividade, uma vez que sua distribuição pelo minério é heterogênea (efeito pepita). Dessa forma, as separações preliminares visando concentração de minerais em determinadas frações e produtos tornam-se muito mais importantes para concentrar a fase de interesse, uma vez que a própria qualificação do mineral vai depender dele ser encontrado.

A análise mineralógica, tanto qualitativa como quantitativamente, das mineralizações a ouro deve indicar, além da assembleia mineralógica convencional: i) os carreadores do ouro, ou seja, de que forma o ouro se apresenta, em associação com quais minerais; ii) minerais que podem apresentar dificuldades no processamento do ouro, particularmente a sua extração química, como por exemplo sulfetos de cobre e matéria carbonosa; iii) fases de importância do ponto de vista ambiental, que potencialmente podem liberar elementos tóxicos ou bioacumulativos no ambiente ou gerar drenagem ácida, geralmente alguns sulfetos ou sulfossais (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004).

Quanto ao espectro de liberação, não é prático medir o dos minérios auríferos diretamente por análise de imagens em função dos baixos teores e por isso, a etapa de fracionamento e concentração prévia (por líquido denso e/ou separação magnética) se torna tão importante. Essa separação em líquido denso também não é muito discriminatória, uma vez que, em função da densidade muito elevada do ouro, uma partícula de quartzo com 4,5% (vol.) de ouro já afunda em praticamente todos os líquidos usados nesse tipo de ensaio; em contrapartida, os minérios de ouro apresentam a característica de ter maioria dos processos finais de concentração baseados em dissolução química, bastando que o ouro esteja exposto ao reagente.

Em função destas particularidades, sugere-se (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004), na Figura 3, um fluxograma de caracterização tecnológica complementar para minérios de ouro.

Figura 3 - Fluxograma sugerido para caracterização tecnológica de minérios de ouro (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004)



Após separação de uma alíquota da amostra cabeça, para análise de ouro total, procede-se a classificação da amostra. De forma geral, são usadas peneiras de 210, 74 e 37 micrômetros (malhas 65, 200 e 400) que, numa aproximação grosseira, podem ser relacionadas às faixas de tamanho limite nos processos densitários e de flotação (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004). De cada uma das frações retira-se uma alíquota para análise de ouro total e procede-se a amalgamação com mercúrio em condições padronizadas. Após amalgamação, o mercúrio amalgamado é separado do minério com uso de bateia, elutriador, mesa ou outro método disponível. Mede-se o teor de ouro assim recuperado após abertura do amálgama.

Esse ouro, chamado de amalgamável, corresponde ao ouro livre (portanto na forma metálica ou em ligas) e liberado. O restante da amostra de cada fração, após separação do amálgama, é submetido a lixiviação com cianeto, em condição padrão. Após lixiviação, o ouro cianetável medido na solução de cianeto e quantificado por análise química, corresponde ao ouro livre, mas não liberado, embora exposto ao reagente. Por fim, o resíduo da cianetação é também analisado para ouro total, determinando-se assim o ouro refratário, ouro substituído no retículo cristalino de sulfetos ou ouro fino não liberado nem exposto.

Em termos tecnológicos, o ouro amalgamável pode ser recuperado por processos gravíticos, e provavelmente também por flotação, se não houver problemas com recobrimentos de superfície. A cianetação direta do minério deve

recuperar a soma de ouro amalgamável e cianetável (NEUMANN, SCHENEIDER, NETO, 2004). Quanto ao ouro refratário, pode ser possível recuperá-lo com uma moagem mais fina, permitindo melhor liberação ou exposição ao reagente. No entanto se a caracterização mineralógica indicar minerais que admitem ouro no retículo cristalino ou se houver, no minério, presença de matéria carbonosa ocasionando o *preg-robbing*, as rotas de processo precisam ser diferenciadas em função das especificidades do minério em questão.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 AMOSTRA ESTUDADA

O objeto de estudo foi uma amostra mineralizada a ouro de uma mina em operação e apresentava cerca de 100 kg. A amostragem deste material foi realizada pela equipe técnica da empresa de acordo com seus próprios critérios para obtenção de amostras representativas. A Figura 4 é uma foto da amostra tal qual.

A amostra é proveniente da rocha encaixante do minério extraído da operação. O minério da operação é rico em ouro, com aproximadamente 45 ppm, enquanto que a rocha encaixante apresenta menos de 10 ppm, e sabidamente contém a presença de matéria carbonosa, que dificulta a recuperação do ouro. Com a alta do preço a partir do ano 2000 (anexo 1) e a diminuição das reservas ricas da mina, a extração do ouro refratário passou a apresentar interesse.

Figura 4 - Amostra tal qual



3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

As atividades laboratoriais foram desenvolvidas nas dependências do Laboratório de Tratamento de Minérios e Resíduos Industriais (LTM) e no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) da Escola Politécnica da USP.

O trabalho realizado consistiu em três etapas, sendo: 1) preparação de amostras; 2) caracterização tecnológica; 3) alternativas de recuperação.

As análises químicas realizadas ao longo do estudo foram feitas por fluorescência de raios X sem padrões em pastilhas prensadas e a determinação da perda ao fogo por gravimetria. Os teores de ouro bem como de carbono e enxofre foram realizados em laboratórios químicos externos.

A composição mineralógica das amostras estudadas foi determinada por difratometria de raios X (DRX) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS).

3.2.1 Preparação das amostras

A preparação da amostra compreendeu: secagem, cominuição de todo o material abaixo de 2 mm, homogeneização em pilha alongada e amostragem de alíquotas de cerca de 10 kg.

3.2.2 Caracterização tecnológica

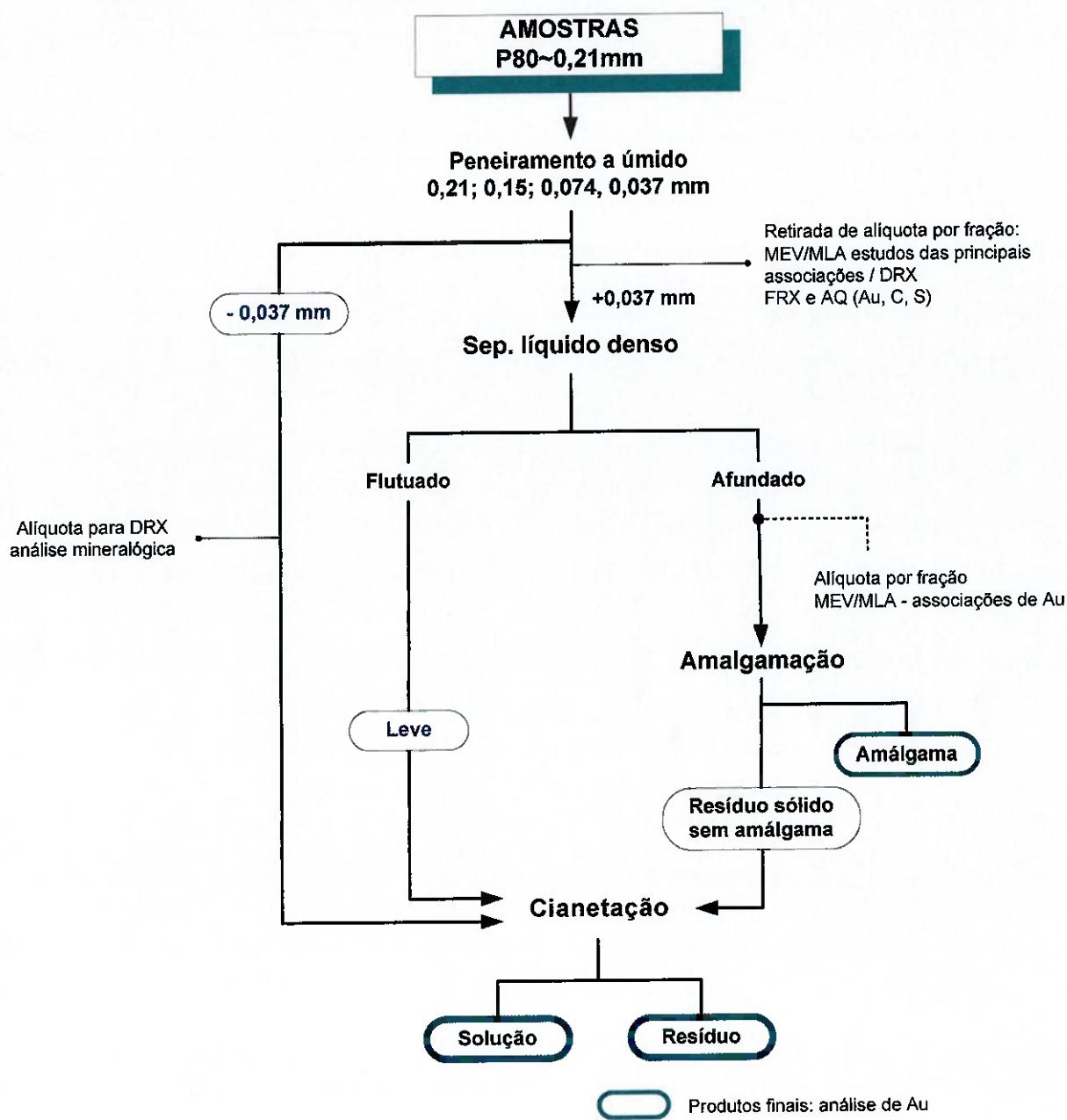
O procedimento utilizado na caracterização segue o exposto na Figura 5 e descrito na sequência.

- cominuição em britador de rolos em circuito fechado com peneira de 0,21 mm de modo a obter produto com $P_{80} = 0,21$ mm (80% do material passante em 0,21 mm);
- análise granulométrica por peneiramento a úmido com obtenção de cinco frações (+0,21; -0,21+0,15; -0,15+0,074; -0,074+0,037 e -0,037 mm);
- amostragem de alíquotas para análises químicas (Au, C e S) e mineralógicas (MEV/MLA) por fração;
- separação mineral por líquido denso (TBE 2,7 g/cm³) das frações acima de 0,037 mm para obtenção de dois produtos: afundado e flutuado. Nas frações acima de 0,15 mm, o ensaio foi realizado em balão volumétrico,

enquanto para as frações finas (abaixo de 0,15 mm) utilizou-se uma centrífuga;

- amostragem do produto afundado afundado para confecção de seções polidas para análise mineralógica (MEV/MLA – avaliação das associações do ouro);
- Amalgamação dos produtos afundados na separação mineral;
- Cianetação dos resíduos do processo de amalgamação, dos produtos flutuados na separação mineral em líquido denso e dos finos (-0,037 mm). Cada produto, em sua respectiva fração granulométrica, gerou uma solução cianetada e um resíduo sólido;
- Análises químicas para determinação dos teores de ouro nas soluções cianetadas e no resíduo sólido.

Figura 5 – Procedimento experimental da caracterização tecnológica



A amalgamação foi realizada nos produtos afundados com proporção 1:20 (Hg/amostra, em massa) sob agitação de 150 rpm durante 15 horas ininterruptas. Em seguida, o mercúrio foi separado da amostra por elutriação, gerando como produtos um amálgama (contendo o ouro) e um rejeito.

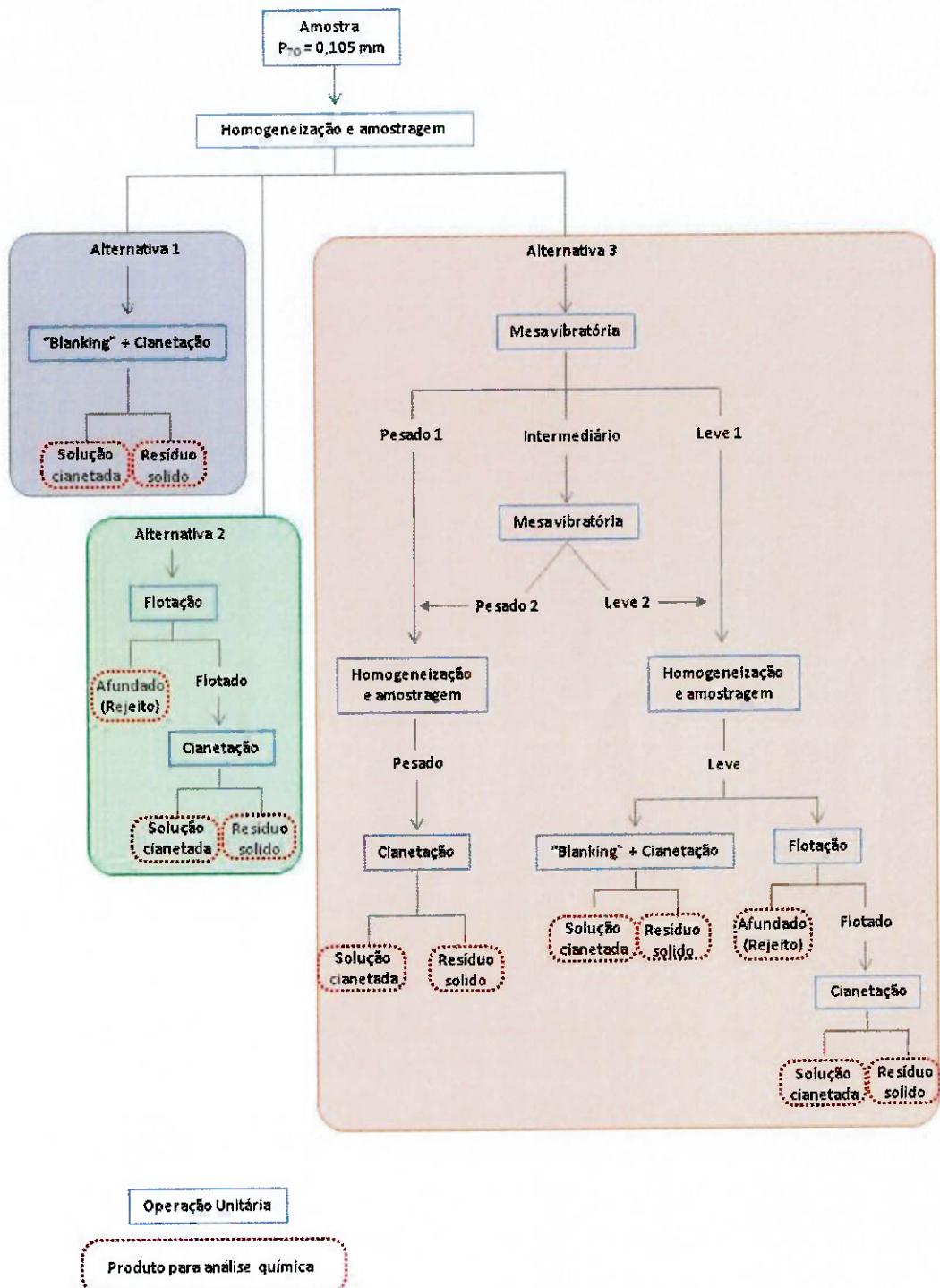
O rejeito da amalgamação, os produtos flutuados da separação mineral em líquido denso e a fração fina (-0,037 mm) foram submetidas a lixiviação por cianeto de sódio, com adição de carvão ativado na polpa de lixiviação.

Tal lixiviação foi conduzida em uma polpa de 40% de sólidos em massa de amostra, em solução com concentração inicial de 2.000 ppm de cianeto e pH entre 11 e 12, ajustado com soda cáustica. A polpa foi mantida sob agitação de 150 rpm por 48 horas. Ao término deste período a mesma foi filtrada para obtenção da solução final rica em ouro e do resíduo sólido.

3.2.3 Alternativas de processo

Devido as características do minério e da associação do ouro foi proposto três alternativas de rotas de processamento (Figura 6) de forma a combater o efeito deletério da matéria carbonosa no processo de lixiviação com cianeto.

Figura 6 – Alternativas propostas de processamento do ouro



3.2.3.1 Alternativa 1

O processo de *blanking*, usado para recobrir a matéria carbonosa e com isso impedir que o complexo de ouro-cianeto se ligue a ela, foi realizado de acordo com

LORENZEN, 1995. O procedimento foi realizar a cianetação em presença de acetonitrila, que faz o papel de agente passivador.

O material, depois de passar pelas etapas iniciais de preparação, foi quarteado e duas amostras de aproximadamente 125 g foram separadas para esse ensaio. Foram preparados 2,5 L de uma solução de 40% de acetonitrila em água deionizada, com adição de 10 g/L de cianeto de sódio e 2 g/L de soda cáustica para manter o pH elevado, condição essencial para a cianetação. Cada amostra foi misturada com 1,25 L da solução, de modo que a proporção sólido/líquido fosse de 1/10 em cada uma das duplicatas. As garrafas foram colocadas sob agitação durante 20 horas e posteriormente foi feita filtração a vácuo para separar a solução cianetada e o resíduo sólido, que foi lavado com água destilada.

3.2.3.2 Alternativa 2

Foi escolhido realizar a flotação conjunta dos sulfetos e ouro livre e deprimir a matéria carbonosa. Para tanto, duas amostras de aproximadamente 500 g foram ensaiadas em paralelo. A cada uma foi adicionado 1,4 L de água deionizada para obtenção de uma polpa com 35% de sólidos, em pH de aproximadamente 6. Os reagentes utilizados (nome comercial dos produtos fornecidos pela empresa química Cytec), suas dosagens e seus tempos de condicionamento, em ordem de adição na polpa, foram:

Corretor de pH: Ácido sulfúrico, sem tempo de condicionamento;

Depressores: Aero 633 (100 g/t) - 2 min;

Coletores: Aero 412 (100g/t) e Aero MX980 (50 g/t) - 2 min;

Espumantes: OrePrep F549 (50 g/t) - 1 min.

Foram realizados os ensaios até o esgotamento do processo, condição em que a espuma se apresenta clarificada.

Após a flotação, os produtos flotados (aproximadamente 100 g), concentrados de ouro e sulfetos, foram submetidos à cianetação em garrafas rolantes. As condições desse ensaio foram polpa com 35% de sólidos, acrescentada de cianeto de sódio (NaCN) na razão de 2 g NaCN/1 kg de amostra sólida. As garrafas foram agitadas por 48 horas. Tendo seus conteúdos posteriormente filtrados a vácuo e lavados com água destilada.

3.2.3.3 Alternativa 3

Essa é a alternativa mais elaborada para o tratamento do minério, incluindo uma etapa de separação densitária, com o intuito de separar o carbono leve dos sulfetos e do ouro pesados da amostra, e duas rotas de recuperação do ouro ainda contido no produto leve.

A concentração densitária foi realizada em mesa concentradora em duas etapas. Uma amostra de 3 kg foi passada na mesa e separada em três produtos: leves, intermediários e pesados. Após secagem dos produtos, o intermediário foi passado novamente na mesa e separado apenas em leves e pesados. O ensaio foi feito dessa forma, com recirculação do produto intermediário com o intuito de proporcionar o refinamento da separação. A massa inicial foi usada de modo a obter produtos com massa suficiente para a realização dos ensaios posteriores.

Assim, o produto inicial de pesados e o produto pesado da segunda etapa foram homogeneizados assim como realizado com os produtos leves. O produto único pesado foi então submetido diretamente à cianetação, visto que a matéria carbonosa já havia sido eliminada. Condições semelhantes às da alternativa 2 foram usadas: amostragem para obtenção de aproximadamente 100 g de amostra, cianetação em polpa contendo de 35% de sólidos e 2 g NaCN/1 kg de amostra, agitada por 48 horas. Posteriormente, os produtos foram filtrados e lavados com água deionizada.

O produto leve foi novamente amostrado e encaminhado para *blanking* e flotação, sempre tendo duas amostras em paralelo para cada ensaio.

O *blanking* foi feito nas mesmas condições do ensaio da alternativa 1: aproximadamente 125 g de amostra submetidas à cianetação em presença de acetonitrila (40% em água), polpa de 10% de sólidos, 10 g/L de NaCN e 2 g/L de soda cáustica para manter o pH elevado e 20 horas de agitação.

A flotação foi feita em condições iguais as das alternativas 2, com a única diferença de não ter adição de depressor para a matéria carbonosa, visto que essa foi retirada na etapa de concentração em mesa vibratória. O produto flotado, também com aproximadamente 100 g, foi submetido à cianetação em condições iguais às da alternativa 2.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

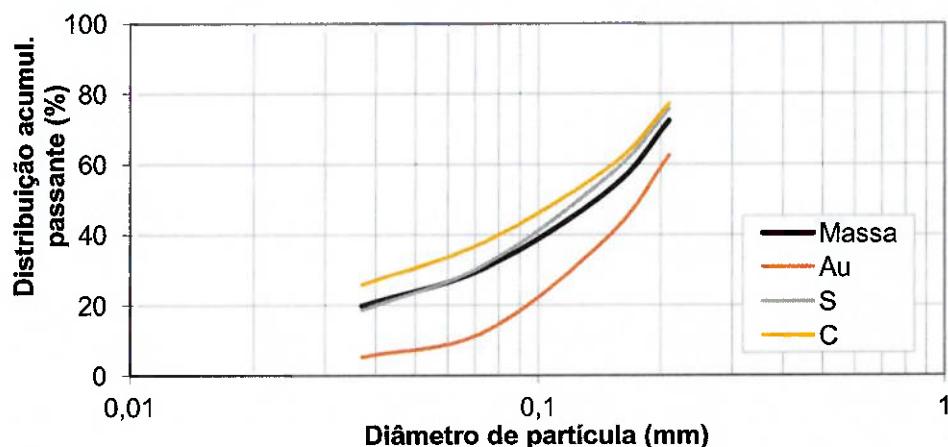
4.1.1 Análise granuloquímica

Considerando a cominuição abaixo de 0,30 mm (P80 ~0,21 mm); a amostra apresenta 19,8% em massa abaixo de 0,037 mm. Os teores de ouro estão entre 9,81 e 1,91 ppm com uma redução significativa na fração mais fina. A distribuição mostra que 37,5% do ouro encontram-se acima de 0,21 mm e que apenas 5,25% estão associados ao produto passante em 0,037mm. Informações detalhadas são apresentadas na Tabela 3 e na Figura 7.

Tabela 3 – Análise granuloquímica e distribuição de teores

Fração (mm)	% em massa		Teores			Distribuição (%)		
	retido	acumulado	Au (ppm)	C (%)	S (%)	Au	C	S
-0,60+0,21	27,6	72,4	9,81	2,47	1,21	37,5	22,9	24,2
-0,21+0,15	19,7	52,7	8,30	2,71	1,31	22,7	17,9	18,9
-0,15+0,074	22,1	30,6	8,92	2,87	1,58	27,3	21,3	25,4
-0,074+0,037	10,8	19,8	4,85	3,36	1,63	7,29	12,2	12,9
-0,037	19,8	0,00	1,91	3,87	1,29	5,25	25,7	18,6
Total calc.	100,0		7,21	2,98	1,37	100,0	100,0	100,0

Figura 7 – Distribuição acumulada



4.1.2 Composição mineralógica

A composição mineralógica da amostra (total +0,037 mm), obtida nos estudos por MEV/EDS, com o uso da ferramenta MLA é apresentado na Figura 8 e na Tabela 4.

Figura 8 – Composição mineralógica da amostra (total +0,037 mm por MEV/MLA)

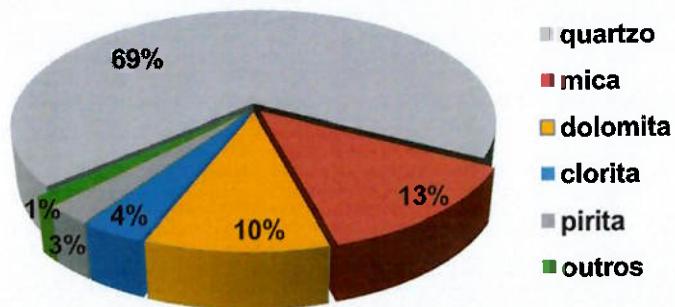


Tabela 4 – Composição mineralógica (MEV/MLA)

Mineral	% de massa					
	Fração	Total +0,037	+0,21	-0,21+0,15	-0,15+0,074	-0,074+0,037
(% massa)	80,2	27,6	19,7	22,1	10,8	
quartzo	69,0	75,1	67,7	66,4	60,8	
mica	13,0	9,73	13,7	14,4	17,3	
dolomita	10,3	8,96	11,1	10,8	11,2	
clorita	3,58	3,18	3,50	3,66	4,62	
pirita	2,68	2,05	2,71	2,90	3,81	
plagioclásio	0,52	0,43	0,46	0,58	0,76	
apatita	0,26	0,17	0,26	0,34	0,33	
esfalerita	0,20	0,06	0,33	0,23	0,31	
galena	0,16	0,10	0,01	0,28	0,31	
outros	0,30	0,19	0,22	0,41	0,53	

Outros: calcopirita, óxido de ferro-cromo e outros alumino-silicatos (TiKAlSiO e KCaMgAlSiO)

A amostra (total +0,037 mm) é constituída principalmente por quartzo (69,0%), mica (13,0%), dolomita (10,3%), secundariamente por clorita (3,58%), pirita (2,68%), plagioclásio (0,52%), apatita (0,26%), outros sulfetos (esfalerita e galena; 0,20 e 0,16%) e outros (0,30%) (porcentagens em massa).

A proporção de quartzo apresenta decréscimo ao longo da redução da faixa granulométrica, variando de 75,1% a 60,8% enquanto a mica apresenta notável aumento, de 9,73 a 17,3%; a dolomita apresenta comportamento mais estável, de 8,96 a 11,2%.

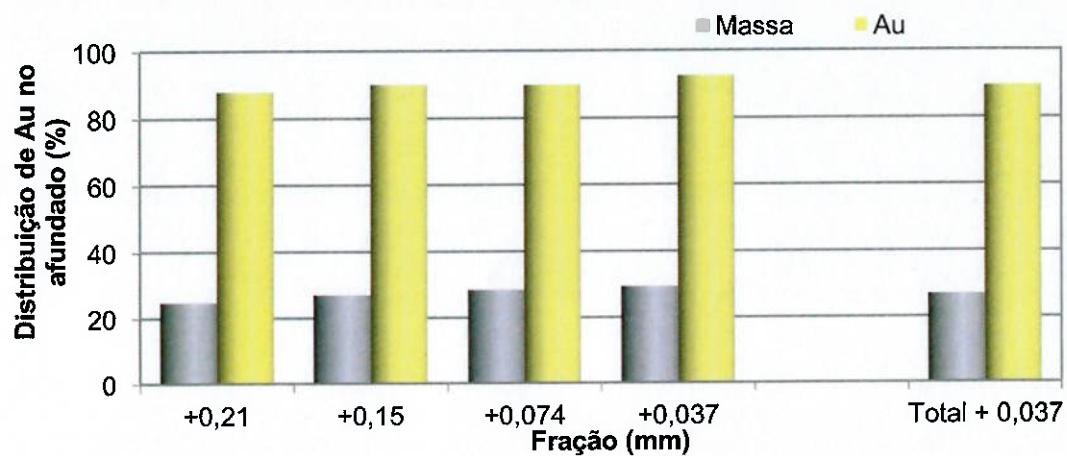
4.1.3 Separações minerais

Os resultados da separação mineral em líquido denso (TBE, $d=2,7 \text{ g/cm}^3$), para as frações acima de 0,037 mm, são apresentados Tabela 5 e na Figura 9.

Tabela 5 – Sumário do resultado da separação mineral por líquido denso (total +0,037 mm)

Total +0,037 mm	% em massa frações	Teor (ppm) amostra	Distr. Au (%) ensaio	Distr. Au (%) amostra
flutuado	73,2	58,7	10,8	10,2
afundado	26,8	21,5	89,2	84,6
Total	100,0	80,2	100,0	94,8

Figura 9 – Distribuição de massa e de ouro no produto afundado da separação mineral



O teor médio de ouro no produto afundado (21,5% da massa da amostra) é de 28,4 ppm, que representa 84,6% do total contido na amostra (recuperação de 89,2% no ensaio). Ao longo das frações granulométricas, a distribuição de ouro no afundado apresenta variação entre 87,8 e 92,5%.

4.1.4 Estudo mineralógico das associações do ouro

A Tabela 6 apresenta o número de partículas portadoras de ouro, identificadas pelo sistema de análise de imagens e que permitiram a determinação das associações do ouro, seu grau de liberação por perímetro exposto e a distribuição granulométrica.

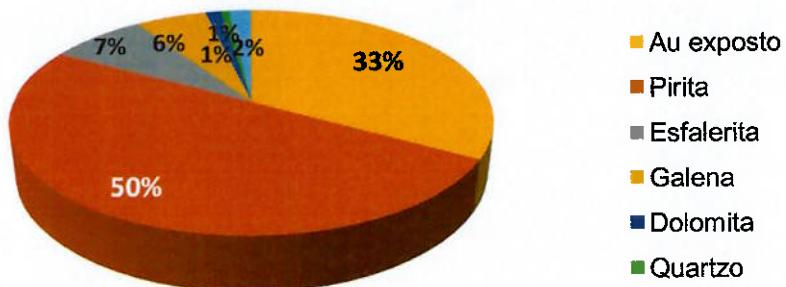
Tabela 6 – Sumário das partículas portadoras e dos grãos de ouro identificados no produto afundado (total +0,037 mm; MEV/MLA)

Fração (mm)	Au (ppm)	Distr. Au % amostra	no. de partículas portadoras de Au	no. de grãos de Au
-0,60+0,21	79,2	24,2	68	112
-0,21+0,15	58,4	13,9	62	107
-0,15+0,074	54,7	36,9	46	66
-0,074+0,037	33,6	11,8	89	110
Total +0,037	55,3	86,7	265	395

Foram identificadas 265 partículas portadoras de ouro (com um ou mais grãos de ouro cada) e 395 grãos de ouro contidos nestas partículas.

As principais associações de ouro, determinada pelo perímetro de contato com outros minerais (*gold carrier*) são mostradas na Figura 10 e na Tabela 7.

Figura 10 – Sumário das associações do ouro no produto afundado (total +0,037 mm; MEV/MLA)



A proporção de ouro cujo perímetro está exposto (total +0,037) é de 33% (perímetro do ouro exposto em relação ao perímetro total), variando de 27 a 48% nas frações granulométricas (Tabela 7).

Os grãos de ouro associados a outras fases minerais acorrem predominantemente com sulfetos (50% com pirita, 7% com esfalerita e 6% com galena).

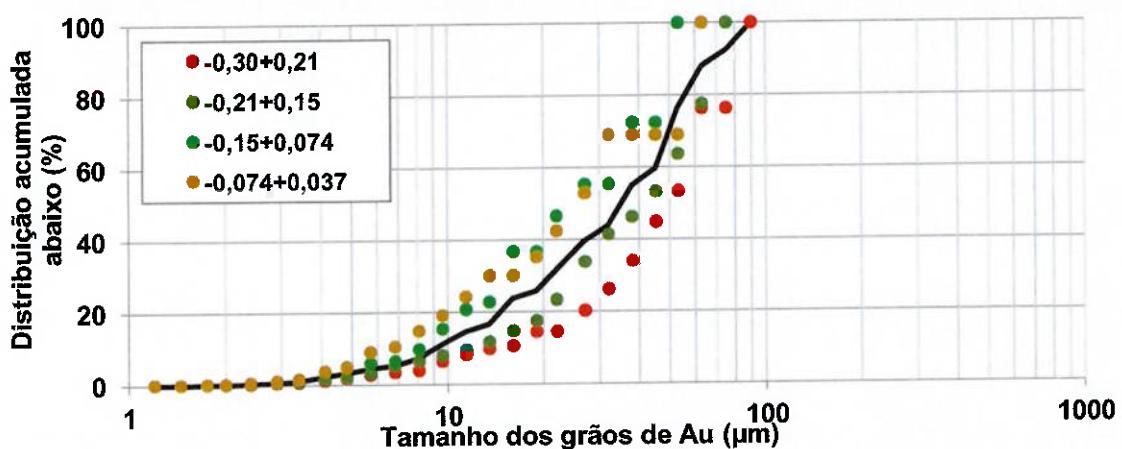
Tabela 7 – Associações do ouro no produto afundado por frações granulométricas (MEV/MLA)

Fração (mm)	Au Exp.*	Associações (% em perímetro exposto)								
		pirita	sp.	galena	dol	quartzo	apatita	ccp	clorita	outros
+0,21	27,3	54,5	13,0	2,66		1,37	0,41	0,58	0,13	0,06
+0,15	31,6	58,7	3,71	2,66	0,77	0,66	0,90		0,38	0,62
+0,074	36,6	44,1	5,68	9,28	2,39	0,21	0,66	0,47		0,64
+0,037	48,4	37,5	4,24	3,90	1,53	0,33	0,65	0,70	0,61	2,19
Total	33,2	49,9	7,56	5,63	1,27	0,67	0,63	0,43	0,14	0,54

Exp. – exposto, sp. – esfalerita, dol – dolomita, ccp – calcopirita, outros (CuS e muscovita)

A distribuição de tamanho dos grãos de ouro (frequência de partículas ponderadas pela massa) é expressa na Figura 11. Nota-se que as distribuições acumuladas de ouro não seguem tendência semelhante às curvas granulométricas, ou seja, frações grossas não necessariamente contêm ouro grosso. Os grãos de ouro apresentam dimensões grossas, sendo que 50% da massa dos grãos de ouro identificados encontram-se entre 30 e 40 µm e menos de 10% em massa abaixo de 10 µm.

Figura 11 – Distribuição de tamanho dos grãos de ouro (MEV/MLA)



4.1.5 Amalgamação e cianetação

Os resultados da amalgamação e da cianetação de seu resíduo, bem como da cianetação dos produtos flutuados da separação mineral e do finos (passante em 0,037 mm) são apresentados summarizados na Tabela 8 e na Figura 12.

Tabela 8 – Sumário dos resultados da amalgamação e da cianetação

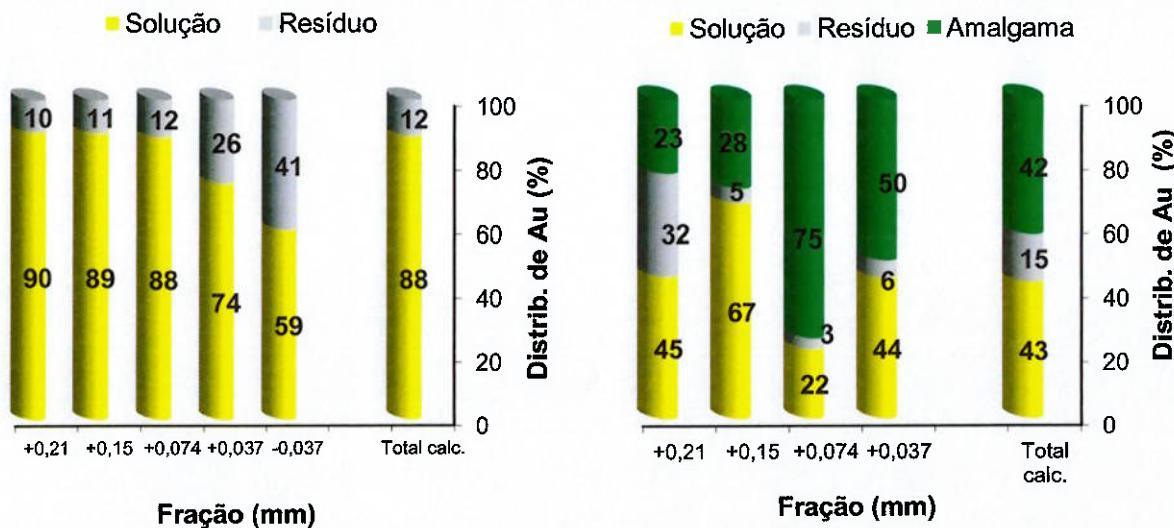
Produto		Teor Au (ppm)	Distribuição de Au (%)	
			ensaio	amostra
Flutuado Total +0,037 mm	Solução	0,74	88,5	9,02
	Resíduo	0,14	11,5	1,17
	Total Calculado	1,26	100,0	10,2
Afundado Total +0,037 mm -0,037 mm	Amálgama	16,1	42,4	35,0
	Solução	8,11	42,8	36,8
	Resíduo	4,21	14,8	12,8
	Total Calculado	28,4	100,0	84,6
-0,037 mm	Solução	0,76	59,3	3,11
	Resíduo	0,78	40,7	2,13
	Total Calculado	1,91	100,0	5,25
Total	Amálgama	16,1	35,0	35,0
	Solução	1,40	48,9	48,9
	Resíduo	0,46	16,1	16,1
	Total Calculado	7,22	100,0	100,0

Para o produto flutuado, verifica-se que a solução cianetada recupera 88,5% no ensaio (9,02% do ouro da amostra), apresentando variação entre 73,9 e 89,9% nas frações. Na fração passante em 0,037 mm, a recuperação na solução da cianetação é de 59,3% no ensaio (3,11% do ouro contido na amostra).

A amalgamação recupera 42,4% no ensaio (35,0% do total de ouro contido na amostra), a etapa posterior de cianetação recupera 42,8% no ensaio (36,8% do ouro contido na amostra), apresentando variação entre 21,9 e 67,5% nas frações.

A recuperação total de ouro por cianetação é de 48,9%; considerando parcela flutuada, afundada e os finos chega-se à recuperação total de 83,9% somando-se com a amalgamação. Assim, a parcela de ouro não passível de recuperação por amalgamação+cianetação (ouro refratário) corresponde a 16,1% do ouro total da amostra.

Figura 12 – Distribuição do ouro na amalgamação e cianetação



Pode-se supor que este ouro refratário à cianetação é devido à matéria carbonosa presente na amostra (causador do efeito *preg-robbing*). As rotas alternativas de concentração apresentadas a seguir têm o intuito de minimizar esse efeito, recobrindo a matéria carbonosa com outra substância ou separando-a antes da cianetação.

4.2 ALTERNATIVAS DE PROCESSO

4.2.1 Alternativa 1 – *blanking*

A Tabela 9 mostra o resultado do ensaio de *blanking*, que consistiu na cianetação em presença de acetonitrila, que atua como agente passivador da matéria carbonosa.

Tabela 9 – Resultado do *blanking*

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)
Solução	90,0	0,18	84,5
Resíduo	10,0	0,29	15,5
Total	100,0	1,87	100,0

Desse modo, a alternativa 1, permitiu a recuperação de 84,5% do ouro contido na amostra. Comparando tais resultados com a recuperação de ouro na amalgamação+cianetação (83,9%), é possível concluir que esta alternativa permitiu a recuperação do ouro não refratário.

4.2.2 Alternativa 2 – flotação seguida por cianetação do concentrado

A Tabela 10 mostra resultado do ensaio de flotação do ouro e sulfetos, e a Tabela 11 mostra o resultado da cianetação do produto flotado.

Tabela 10 – Resultado da flotação

Produtos	% de massa	Au (ppm)	Rec Au (%)
concentrado	19,4	10,1	55,6
rejeito	80,6	1,94	44,4
Total	100,0	3,52	100,0

Tabela 11 – Cianetação do concentrado da flotação

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)	Rec Au (% da amostra)
solução	65,0	3,72	68,4	38,0
resíduo	35,0	3,19	31,6	17,6
Total	100,0	10,1	100,0	55,6

Apesar da grande quantidade de ouro exposto (33,2%) e com associações predominantemente com sulfetos (63,5%), a flotação recuperou apenas 55,6% do ouro da amostra e com isso a cianetação do concentrado de flotação permite recuperar 38,0% do ouro contido.

4.2.3 Alternativa 3 – concentração densitária seguida de cianetação dos pesados e *blanking* dos leves ou flotação de leves

A Tabela 12 mostra o resultado do ensaio de separação densitária em mesa vibratória e a Tabela 13 mostra o resultado da cianetação do produto pesado dessa separação.

Com isso, observa-se que 57,9% do ouro da amostra foi recuperado na cianetação do produto pesado da mesa.

Tabela 12 – Resultado da concentração densitária (mesa Wilfley)

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)
pesados	11,4	13,1	62,6
leves	88,6	0,99	37,4
Total	100,0	2,36	100,0

Tabela 13 – Cianetação do produto pesado

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)	rec. Au (% da amostra)
solução	65,0	6,5	92,5	57,9
resíduo	35,0	1,0	7,5	4,7
Total	100,0	13,1	100,0	62,6

O produto leve da separação densitária responde por 37,4% do ouro da amostra. Para a recuperação deste ouro, os resultados do ensaio de *blanking* estão apresentados na Tabela 14 e os resultados do ensaio de flotação seguida de cianetação do concentrado estão apresentados nas Tabela 15 e na Tabela 16.

A cianetação do produto leve com acetonitrila permitiu a recuperação de 25,5% do ouro contido na amostra.

A cianetação do concentrado de flotação dos leves da separação densitária permitiu a recuperação de 29,6% do ouro contido na amostra.

Tabela 14 – Blanking do produto leve

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)	rec. Au (% da amostra)
solução	90,0	0,05	68,1	25,5
resíduo	10,0	0,21	31,8	11,9
Total	100,0	0,66	100,0	37,4

Tabela 15 – Flotação do produto leve

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)	rec. Au (% da amostra)
concentrado	17,4	5,38	81,6	30,5
rejeito	82,6	0,26	18,4	6,9
Total	100,0	1,15	100,0	37,4

Tabela 16 – Cianetação do concentrado de flotação do produto leve

Produtos	% de massa	Au (ppm)	recuperação Au (%)	rec. Au (% da amostra)
solução	65,0	2,69	97,1	29,6
resíduo	35,0	0,15	2,9	0,9
Total	100,0	5,14	100,0	30,5

Dessa forma, a separação densitária com cianetação do produto pesado e *blanking* do produto leve consegue recuperar 83,4% do ouro total da amostra. Já a separação densitária com cianetação do produto pesado e flotação do produto leve seguida de cianetação do concentrado de flotação consegue recuperar 87,5% do ouro total da amostra.

5 CONCLUSÕES

A amostra estudada apresenta 16,1% de ouro refratário à cianetação. O ensaio de *blanking* não foi efetivo no combate ao *preg-robbing*, uma vez que sua recuperação foi pouco maior do que os 83,9% (84,5%) correspondentes ao ouro não refratário.

A flotação também não foi efetiva na concentração do ouro. O motivo para essa baixa recuperação na flotação pode ser a liberação dos sulfetos, sendo sugerido trabalho posterior com atenção a esse parâmetro, além de acompanhamento dos teores de enxofre e carbono ao longo do processo.

A separação densitária em mesa vibratória foi mais eficiente na concentração do ouro do que a flotação; e a cianetação do seu produto pesado apresentou muito boa recuperação (92,5%), indicando sucesso na separação da matéria carbonosa no produto leve da mesa e diminuição do efeito de *preg-robbing* na cianetação do produto pesado.

No tratamento do produto leve da mesa, a flotação recuperou o ouro melhor do que o *blanking*; o que poderia ser esperado, tendo em vista que o processo de *blanking* pressupõe o recobrimento de toda a matéria carbonosa (que está concentrada nesse produto) durante a cianetação, enquanto que a flotação separa as espécies carbonosas antes da cianetação.

Dessa forma, a alternativa que apresentou maior recuperação global de ouro (87,5%), com algum sucesso no combate ao *preg-robbing* e recuperação do ouro refratário, foi a separação densitária com os pesados sendo direcionados a cianetação (material carbonoso fica nos leves) e os leves sendo direcionados a flotação.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Afenya, P. M. **Treatment of carbonaceous refractory ores.** Minerals Engineering, Vol 4, Nº 7-11, pp. 1043-1055, 1991

Geobiotics. Kohr, W. J. **Method for recovering gold and other precious metals from carbonaceous ores.** Pat. Nº 5,364,453, 15 de novembro de 1994

Harris, D.C. **The mineralogy of gold and its relevance to gold recoveries.** Mineralium Deposita, 1990

Kahn, H.; Sant'agontino, L. M.; Metodologia para caracterização tecnológica de matérias primas minerais. **Boletim técnico da Escola Politécnica da USP.** São Paulo, 1997

Lins, F. A. F.; Monte, M. B. M. Flotação de ouro. In: Chaves, A. P. (Org.) **Flotação: o estado da arte no Brasil.** São paulo: Signus Editora, 2006 - (Coleção teoria e prática do tratamento de minérios; v. 4)

Lorenzen, L. **Some guidelines to the design of a diagnostic leaching experiment.** Minerals Engineering, Vol 8, Nº 3, pp. 247-256, 1995

Neumann, R; Scheneider, C. L.; Neto, A. A. **Caracterização tecnológica de minérios.** Rio de Janeiro: CETEM, 2004

Peres, A. E. C. et al. Beneficiamento de minérios de ouro. In: Trindade, R. B. E.; Filho, O. B. (Ed.) **Extração de ouro:** princípios, tecnologia e meio ambiente. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2002

U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Summaries, 2015. Disponível em: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/gold/mcs-2015-gold.pdf>>. Acesso em: 20 set. 2015

Vaughan, J. P. **The process mineralogy of gold: the classification of ore types.** [S.l.]: JOM, 2004

World Gold Council: Supply. Disponível em: < <http://www.gold.org/supply-and-demand/supply>>. Acesso em: 20 set. 2015.

APÊNDICE A – Resultados da separação mineral por líquido denso

Fração (mm)	% em massa		Teores	Distr. ensaio	Distr. amostra
	Frações	Amostra			
-0,6+0,21					
Flutuado	89,9	24,8	1,59	15,09	4,30
Afundado	10,1	2,79	79,2	84,9	24,2
Total calculado	100	27,6	9,44	100	28,5
Total dosado			2,33		
-0,21+0,15					
Flutuado	89	17,5	1,14	13,59	2,19
Afundado	11	2,18	58,4	86,4	13,9
Total calculado	100	19,7	7,46	100	16,1
Total dosado			5,44		
-0,15+0,074					
Flutuado	72,1	15,9	1,28	5,68	2,22
Afundado	27,9	6,16	54,7	94,3	36,9
Total calculado	100	22,1	16,2	100	39,1
Total dosado			11		
-0,074+0,037					
Flutuado	70,3	7,6	0,52	3,52	0,43
Afundado	29,7	3,22	33,6	96,5	11,81
Total calculado	100	10,8	10,3	100	12,24
Total dosado			5,73		
Total +0,037					
Total flutuado	82,1	65,8	1,27	9,53	9,13
Total afundado	17,9	14,3	55,3	90,5	86,7
Total calculado	100	80,2	10,9	100	95,9

ANEXO 1 - Histórico de preço do ouro¹**Cotação do Ouro – Histórico dos últimos 30 anos em Reais/Oz**

¹ <http://www.xn--cotaodoouro-c8a5c.com/cotacao-ouro-historico/>. Acesso em: 20 ago. 2015